



(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11080588 A  
(43) Date of publication of application: 26.03.1999

(51) Int. Cl. C09C 3/12  
A61K 7/00, A61K 7/02, A61K 7/42

(21) Application number: 09257772  
(22) Date of filing: 05.09.1997

(71) Applicant: NOEVIR CO LTD  
(72) Inventor: NOGUCHI AKIKO  
NAKAE IWAKAZU  
TERAJIMA TAKENOBU

(54) SURFACE TREATED POWDER AND  
COSMETIC CONTAINING THE SAME

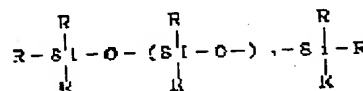
(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject powder, good in extensibility when applied to skin and useful as a cosmetic or the like having high ultraviolet ray protecting effects by treating a powder with a specific silicone oil, trimethylsiloxysilicic acid and a high-polymerization degree polysiloxane.

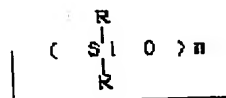
SOLUTION: This surface treated powder is obtained by treating one or more powders selected from particulate titanium oxide, particulate zinc oxide, particulate cerium oxide and particulate iron oxide with one or more selected from silicone oils represented by formula T [(n) is an integer of 5-530; R is H, a 1-3C lower alkyl or phenyl] and formula II [(n) is an integer of 3-7] and a high-polymerization degree polysiloxane composed of one or more selected from trimethylsiloxysilicic acid and a crosslinked type dimethylpolysiloxane, a crosslinked type methylphenylpolysiloxane, a linear high-

polymerization degree dimethylpolysiloxane, a linear high-polymerization degree methylphenylpolysiloxane and the like. The resultant powder is capable of manifesting high ultraviolet ray protecting effects and sustaining the effects.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



I



II

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-80588

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 C 3/12

C 0 9 C 3/12

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/00

B

J

P

7/02

7/02

7/42

7/42

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号

特願平9-257772

(22) 出願日

平成9年(1997) 9月5日

(71) 出願人 000135324

株式会社ノエビア

兵庫県神戸市中央区港島中町 6 丁目13番地の1

(72) 発明者 野口 あき子

滋賀県八日市市岡田町字野上112-1 株式会社ノエビア滋賀中央研究所内

(72) 発明者 中江 岩和

滋賀県八日市市岡田町字野上112-1 株式会社ノエビア滋賀中央研究所内

(72) 発明者 寺島 武信

大阪府柏原市円明町16-2 日本コルマー株式会社柏原研究所内

(74) 代理人 小川 篤子

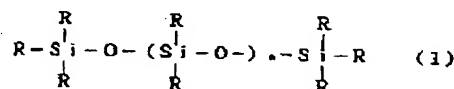
(54) 【発明の名称】 表面処理粉体及びそれを含有して成る化粧料

(57) 【要約】

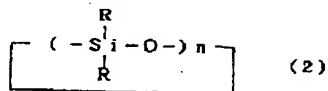
(修正有)

【課題】 肌に塗布した際の伸びが良く、仕上がりが均一で、高い紫外線防御効果を発揮すると同時にその効果が持続し、かつ肌に塗布した直後及び経時でのテカリが生じず、自然な艶のある仕上がりの得られる表面処理粉体、及びこの表面処理粉体を含有して成る化粧料を得る。

【解決手段】 一般式 (1)



(式中nは5～530の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、水素原子又は炭素数1～3の低級アルキル基又はフェニル基を示す) 及び一般式 (2)

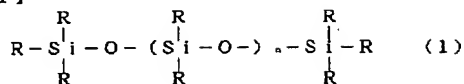


(式中nは3～7の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、炭素数1～3の低級アルキル基を示す) で示されるシリコン油から選ばれる1種又は2種以上と、トリメチルシロキシケイ酸及び高重合度ポリシロキサンで粉体を処理して表面処理粉体を得る。またこの粉体を化粧料に配合する。

## 【特許請求の範囲】

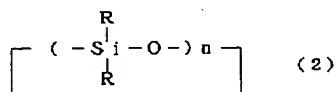
## 【請求項1】 一般式(1)

## 【化1】



(式中nは5～530の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、水素原子又は炭素数1～3の低級アルキル基又はフェニル基を示す)及び一般式(2)

## 【化2】



(式中nは3～7の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、炭素数1～3の低級アルキル基を示す)で示されるシリコーン油から選ばれる1種又は2種以上と、トリメチルシロキシケイ酸、及び高重合度ポリシロキサンで粉体を処理して得られる、表面処理粉体。

【請求項2】 粉体が、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄から選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする請求項1に記載の表面処理粉体。

【請求項3】 粉体が、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄から選ばれる1種又は2種以上の粉体を板状粉体に被覆してなる粉体であることを特徴とする、請求項1に記載の表面処理粉体。

【請求項4】 高重合度ポリシロキサンが、架橋型ジメチルポリシロキサン、架橋型メチルフェニルポリシロキサン、直鎖状高重合度ジメチルポリシロキサン、直鎖状高重合度メチルフェニルポリシロキサンから選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする、請求項1～請求項3に記載の表面処理粉体。

【請求項5】 請求項1～請求項4に記載の表面処理粉体を含有して成る化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、肌上に塗布した際の伸びが良く、塗布面が均一で、高い紫外線防御効果を有すると共にその効果が持続し、かつ肌に塗布した直後及び経時でのテカリが生じず、自然な艶のある仕上がりの得られる表面処理粉体及びそれを含有する化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、化粧品の分野において、紫外線遮蔽の目的で様々な微粒子粉末が配合されている。これらの微粒子粉末は表面活性が高く、化粧品に配合されている有機物を酸化又は変色させることがあった。またこれら微粒子粉末は凝集しやすく、一次粒子より大きい凝集粒として存在するので分散性及び使用感に劣り、微

粒子粉末本来の紫外線遮蔽能が発現しにくいという問題があった。このために通常微粒子粉末は凝集防止の目的で、有機化合物又は有機金属化合物より成る表面処理剤で表面を被覆処理して用いられている。

【0003】また、近年オゾン層の破壊が世界的な問題となる中で、紫外線の人体に対する悪影響がクローズアップされてきており、紫外線防御に対する関心が高まり、より高い紫外線防御効果の得られる商品が求められている。そこで、従来から日焼け止め化粧料にパラジメチルアミノ安息香酸塩やオキシベンゾン等の紫外線吸収剤を配合して、紫外線防御効果を得る試みがなされている。一般的に、高い紫外線吸収効果を得るには、紫外線吸収剤を多量に配合する必要があるが、皮膚刺激の発生など安全性上の問題が生じるため、配合量には限界があった。そこで、上記のような紫外線吸収剤の一部若しくは全量を、微粒子粉末に置き換えて配合することにより、紫外線防御効果を得る試みがなされている。しかしながら、高い紫外線防御効果を得るために、微粒子粉末を多量に配合すると、皮膚上での伸びが著しく重くなり、使用感を悪化させるだけではなく、ムラ付きを生じたりして化粧仕上がりが悪化する欠点があった。そこで、タルクやマイカなどの板状粉体の表面に微粒子粉末を被覆して配合することにより、肌上での伸びの改善が図られている。しかしながら、これらの微粒子を被覆した板状粉体を多量に配合した場合、皮膚に塗布した際に、外観上てかてかしたり、不自然な光沢の得られる傾向が見られる。

【0004】さらに、従来より、粉体を含有するメイクアップ化粧料及び紫外線防御化粧料において、化粧持ちを向上させる目的で、親水性粉体の疎水化処理が行われている。疎水化処理に用いられる疎水性物質としては、シリコーン、パーフルオロシラン、ワックス、金属石鹸などが用いられ、これらの中でもシリコーンによる疎水化処理がしばしば行われている。例えば、特公昭41-9890号公報には、有機粉末、無機粉末、金属粉末をシリコーン樹脂塗布料にて被覆し、乾燥焼き付けた粉末が、特公昭45-2915号公報には、鉱物性粉末に分子中にケイ素と直接結合する水素を有するシリコーンを付着せしめた後加熱した粉末が、特公昭45-18999号公報には、シリコーン軟ゲルを含有する空気浮遊性タルク粉末が、特公昭49-1769号公報には、シリコーン及び各種アルキルエステルを被覆した二酸化チタンが、特公昭56-43264号公報には、金属水酸化物を被覆した無機粉体表面にメチルハイドロジェンポリシロキサンをメカノケミカル反応により架橋重合させて得られる疎水性粒子粉末類が、特公昭59-36881号公報には、低分子量シリコーン油を撥水剤として含有するプレス状メイクアップ組成物が、特公平6-99266号公報には、有機シリコーン重合体及びシリコーン油で被覆した粉体が、それぞれ開示されている。

3

【0005】しかしながら、これらのシリコンによる疎水化処理を施した粉体を化粧料に配合した場合、塗布面が均一でなく、仕上がりがムラになる等の問題があった。また、微粒子粉体及び微粒子粉体を被覆した板状粉体に上記の様なシリコンによる疎水化処理を施し化粧料に配合した場合、不自然なテカリが生じる、ムラ付きになるため高い紫外線防御効果が得られない等の問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、肌に塗布した際の伸びが良く、仕上がりが均一で、高い紫外線防御効果を発揮すると同時にその効果が持続し、かつ肌に塗布した直後及び経時でのテカリが生じず自然な艶のある仕上がりの得られる表面処理粉体、及びこの表面処理粉体を含有して成る化粧料を得ることを目的とした。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するために種々の検討を行ったところ、一般式(1)

【化1】(式中nは5～530の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、水素原子又は炭素数1～3の低級アルキル基又はフェニル基を示す)及び一般式(2)

【化2】(式中nは3～7の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、炭素数1～3の低級アルキル基を示す)で示されるシリコン油から選ばれる1種又は2種以上と、トリメチルシロキシケイ酸、及び高重合度ポリシロキサンで粉体を処理して得られる表面処理粉体において上記課題を解決し、この粉体を含有する化粧料は、塗布した際の伸びが良く、仕上がりが均一で、高い紫外線防御効果を有すると共にその効果が持続し、かつ肌に塗布した直後及び経時でのテカリが生じず、自然な艶のある仕上がりが得られた。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳述する。

【0009】本発明で粉体の表面処理に用いられるシリコン油は、下記の一般式(1)

【化1】(式中nは5～530の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、水素原子又は炭素数1～3の低級アルキル基又はフェニル基を示す)及び一般式(2)

【化2】(式中nは3～7の整数、Rは互いに同一でも異なっても良く、炭素数1～3の低級アルキル基を示す)で示されるシリコン油から選ばれる1種又は2種以上である。

【0010】本発明で粉体の表面処理に用いられるトリメチルシロキシケイ酸は、下記の一般式(3)

【化3】
$$[(CH_3)_3SiO_{1/2}]_x \cdot [SiO_2]_y \quad (3)$$

(式中xは1～3、yは0.5～8)であらわされる。トリメチルシロキシケイ酸は通常低分子量シリコンな

4

どの溶媒に溶解させて市販されており、東レ・ダウコーニング社から発売されているDC593、BY11-018、BY11-022、BY11-015、東芝シリコン社より発売されているTSF4600、信越化学工業社より発売されているKF7312F、KF7312J、KF7312K、KF9001、KF9002、KF9005等が例示される。

【0011】本発明で粉体の表面処理に用いられる高重合度ポリシロキサンは、直鎖状若しくは分岐鎖を有するジメチルポリシロキサン若しくはメチルフェニルポリシロキサンである。直鎖状のジメチルポリシロキサン若しくはメチルフェニルポリシロキサンは、一分子中に含まれるケイ素の原子数は平均650以上、平均分子量約4万以上のものが用いられる。また、分岐鎖を有するポリシロキサンとしては、架橋型メチルポリシロキサン、架橋型メチルポリシロキサンが例示される。架橋型メチルポリシロキサンは、メチルハイドロジェンポリシロキサンとメチルビニルポリシロキサンを付加重合して得たシロキサン結合を骨格として架橋した構造を有するメチルポリシロキサンである。架橋型メチルポリシロキサンは通常低分子量シリコンなどの溶媒に溶解した状態で市販されており、例えば信越化学工業社より発売されているKSG-15、KSG-16、KSG-17等が例示される。架橋型メチルフェニルポリシロキサンは、メチルハイドロジェンポリシロキサンとビニルメチルフェニルポリシロキサンを付加重合して得られたシロキサン結合を骨格として架橋した構造を有するメチルフェニルポリシロキサンである。これらの高重合度ポリシロキサンの中でも、架橋型メチルポリシロキサンが、肌に塗布した際の伸び、滑りの点から特に好ましい。

【0012】本発明では粉体の表面処理剤として、上記のシリコン油、トリメチルシロキシケイ酸、架橋型メチルポリシロキサンを併用することを特徴とする。これらの表面処理剤の処理量は、粉体100重量部に対してシリコン油0.5～19重量部、トリメチルシロキシケイ酸0.05～5重量部、架橋型メチルポリシロキサン0.05～5重量部が好ましく、表面処理剤全量として0.6～20重量部が好ましい。

【0013】本発明で表面処理する粉体としては、化粧料で通常用いられる粉体であれば特に限定されず、タルク、カオリン、雲母、絹雲母、白雲母、金雲母、合成雲母、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウム・マグネシウム、無水ケイ酸、ゼオライト、硫酸バリウム、ヒドロキシアパタイト、フッ素アパタイト、セラミックパウダー、窒化ホウ素等の無機粉体、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウム等の無機白色顔料、ベンガラ、チタン酸鉄、ガンマー酸化鉄、黄酸化鉄、黒酸化鉄、カーボンブラック、低次酸化チタン、マンゴバイオレット、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト、群青、紺

青等の無機着色粉体、酸化チタン被覆マイカ、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、着色酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等のパール光沢粉体、ナイロン末、ポリエチレン末、ポリスチレン末、ポリメタクリル酸メチル末、スチレンとアクリル酸の共重合樹脂粉末等の有機粉体、トリメチルシルセスキオキサン粉末などのシリコン粉体などが例示される。これらの粉体から選択される1種又は2種以上を単独で若しくは混合、複合化して表面処理を行う。これらの粉体の中でも特に、紫外線防御能を有する粉体である微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄、及びこれらの微粒子粉体を被覆した板状粉体を表面処理に用いることにより、本発明の効果をより発揮させることができる。

【0014】ここで、微粒子粉体を被覆した板状粉体は、タルク、雲母、セリサイト、合成雲母、カオリン等の板状粉体の表面に、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム、微粒子酸化鉄から選択される1種又は2種以上の微粒子を被覆した粉体であり、板状粉体と微粒子粉体の混合比は重量比で、1:10~10:1の範囲が好ましい。また、板状粉体に対する微粒子粉体の被覆方法は、これまで知られた各種方法、たとえば物理化学的な混合摩砕法（乾式、湿式）や化学的な沈着法などが選択され実施される。例えば、ヘンシェルミキサーを用いて高速で3分以上混合することによりメカノケミカル的に微粒子粉体を板状粉体表面に被覆することができる。また、たとえば、母体となるタルクを硫酸チタニル水溶液に懸濁し、硫酸チタニルの熱加水分解を行い、タルクに二酸化チタンを沈着させることにより微粒子粉体被覆板状粉体が得られる。

【0015】上記のような粉体への表面処理剤による被覆方法は、通常の表面被覆に用いられる方法であればどんな方法でも良く、例えば特公昭34-2648号公報に記載されているように粉体表面にシリコン化合物を\*

#### 【実施例1】表面処理タルク

(1)タルク	95.3 (重量部)
(2)メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(3)トリメチルシロキシケイ酸	0.2
(4)架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5)ジメチルポリシロキサン(6cs)	2.0
(6)揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)~(6)を均一に混合した後、100℃で8時間加熱する。

#### 【実施例2】表面処理マイカ

(1)マイカ	95.0 (重量部)
(2)メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(3)トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(4)架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5)ジメチルポリシロキサン(6cs)	2.0
(6)揮発性イソパラフィン	100.0

\*付着させる方法、特公昭45-2915号公報に記載されているように粉体とメチルヒドロジェンポリシロキサンを混合し100℃以上に加熱してシリコン化合物を付着させる方法、メカノケミカル的手法を用いて粉体表面にシリコン化合物を被覆する方法、特開昭63-113082号公報に記載されているように気相法を用いてシリコン化合物を粉体に被覆する方法などがあげられ、これらの処理方法を単独で又は複数組み合わせる用いる。例えば、メチルヒドロジェンポリシロキサン、トリメチルシロキシケイ酸・ジメチルポリシロキサン混合物、架橋型メチルポリシロキサン・ジメチルポリシロキサン及び揮発性イソパラフィンと粉体を混合し、100℃で8時間加熱しイソパラフィンを完全に除去することにより、本発明の表面処理粉体を得られる。

【0016】これらの表面処理粉体は、化粧料に配合して用いることができる。その際表面処理粉体は、1種を用いても或いは2種以上を混合して用いても良い。なお、本発明において表面処理粉体の配合量は、5重量%以上で目的に応じた量が配合できるが、一般に5~100重量%、好ましくは5~60重量%である。

【0017】本発明の表面処理粉体を含有する化粧料としては、粉末化粧料、固形粉末化粧料、水中油型乳化化粧料、油中水型乳化化粧料、油性化粧料などが含まれる。さらに本発明の化粧料において、これらの剤型を構成する上で配合される一般的な成分を配合することができる。例えば、液状油、ペースト、ワックス、などの油分、高級アルコール、脂肪酸、ノニオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤などの界面活性剤、保湿剤、紫外線吸収剤、防腐剤、香料等の成分を配合することができる。

【0018】

【実施例】さらに本発明の特徴について、実施例により詳細に説明する。

【0019】

【0020】

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ \*【0021】  
で8時間加熱する。 \*

〔実施例3〕表面処理カオリン

(1) マイカ	95.0 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5) ジメチルポリシロキサン(6cs)	2.0
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ 10※【0022】  
で8時間加熱する。 ※

〔実施例4〕表面処理セリサイト

(1) セリサイト	92.0 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	5.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.3
(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.7
(5) ジメチルポリシロキサン(6cs)	2.0
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ ★【0023】  
で8時間加熱する。 ★20

〔実施例5〕表面処理酸化チタン

(1) 酸化チタン	94.9 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	3.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.3
(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.3
(5) ジメチルポリシロキサン(6cs)	1.5
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ ☆【0024】  
で8時間加熱する。 ☆

〔実施例6〕表面処理ベンガラ

(1) ベンガラ	95.0 (重量部)
(2) トリメチルシロキシケイ酸	0.3
(3) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.7
(4) ジメチルポリシロキサン(6cs)	4.0
(5) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(5)を均一に混合した後、100℃ ◆【0025】  
で8時間加熱する。 ◆

〔実施例7〕表面処理黄酸化鉄

(1) 黄酸化鉄	93.2 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	3.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.3
(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5) ジメチルポリシロキサン(6cs)	3.0
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ 【0026】  
で8時間加熱する。

〔実施例8〕表面処理黒酸化鉄

(1) 黒酸化鉄	93.2 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	3.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.3

(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5) ジメチルポリシロキサン (6 c s)	3.0
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ \*【0027】

で8時間加熱する。

\*

【実施例9】表面処理微粒子酸化チタン

(1) 微粒子酸化チタン	95.0 (重量部)
(2) メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(3) トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(4) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(5) ジメチルポリシロキサン (6 c s)	2.0
(6) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)と(2)～(6)を均一に混合した後、100℃ ※【0028】

で8時間加熱する。

※

【実施例10】表面処理微粒子酸化チタン被覆タルク

(1) タルク	25.0 (重量部)
(2) 微粒子酸化チタン	70.0
(3) メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(4) トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(5) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(6) ジメチルポリシロキサン (6 c s)	2.0
(7) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：タルクと微粒子酸化チタンをヘンシェルミキサー ★加して均一に混合した後、100℃で8時間加熱する。  
で5分間高速で混合し、タルク表面に微粒子酸化チタン 【0029】

をメカノケミカル的に被覆する。(3)～(7)の成分を添★

【実施例11】表面処理微粒子酸化亜鉛被覆タルク

(1) タルク	25.0 (重量部)
(2) 微粒子酸化亜鉛	70.0
(3) メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(4) トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(5) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(6) ジメチルポリシロキサン (6 c s)	2.0
(7) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：タルクと微粒子酸化亜鉛をヘンシェルミキサーで ☆て均一に混合した後、100℃で8時間加熱する。  
5分間高速で混合し、タルク表面に微粒子酸化亜鉛をメ 【0030】

カノケミカル的に被覆する。(3)～(7)の成分を添加し☆

【実施例12】表面処理微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛被覆タルク

(1) タルク	25.0 (重量部)
(2) 微粒子酸化チタン	35.0
(3) 微粒子酸化亜鉛	35.0
(4) メチルヒドロジェンポリシロキサン	2.0
(5) トリメチルシロキシケイ酸	0.5
(6) 架橋型ジメチルポリシロキサン	0.5
(7) ジメチルポリシロキサン (6 c s)	2.0
(8) 揮発性イソパラフィン	100.0

製法：(1)～(3)の成分をヘンシェルミキサーで5分間 成分を添加して均一に混合した後、100℃で8時間  
高速で混合し、タルク表面に微粒子酸化チタン及び微粒 加熱する。

子酸化亜鉛をメカノケミカル的に被覆する。(4)～(8) 【0031】

【実施例13】固形ファンデーション

(1) 表面処理タルク (実施例1)	18.8 (重量%)
--------------------	------------

(2) 表面処理マイカ (実施例 2)	20.0
(3) 表面処理セリサイト (実施例 4)	20.0
(4) ナイロン末	10.0
(5) 表面処理酸化チタン (実施例 5)	8.0
(6) 表面処理微粒子酸化チタン (実施例 7)	8.0
(7) 表面処理ベンガラ (実施例 6)	1.5
(8) 表面処理黄酸化鉄 (実施例 7)	1.3
(9) 表面処理黒酸化鉄 (実施例 8)	0.2
(10) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(11) ジメチルポリシロキサン (50cs)	10.0
(12) リンゴ酸ジイソステアリル	2.0

製法：(1)～(9)をブレンダーで混合、均一化した後、\*にプレス成型する。

あらかじめ溶解、均一化した(10)～(12)の成分を添加し 【0032】

更に混合する。アトマイザーにて粉碎処理した後、金皿\*

[実施例 14] 固形ファンデーション

(1) 表面処理微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛 被覆タルク (実施例 12)	15.0 (重量%)
(2) マイカ	23.8
(3) セリサイト	25.0
(4) ナイロン末	10.0
(5) 二酸化チタン	8.0
(6) ベンガラ	1.5
(7) 黄酸化鉄	1.3
(8) 黒酸化鉄	0.2
(9) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(10) ジメチルポリシロキサン (100cs)	10.0
(11) ジメチルポリシロキサン (50cs)	3.0
(12) リンゴ酸ジイソステアリル	2.0

製法：(1)～(8)をブレンダーで混合、均一化した後、※にプレス成型する。

あらかじめ溶解、均一化した(9)～(12)の成分を添加し 30 【0033】

更に混合する。アトマイザーにて粉碎処理した後、金皿※

[実施例 15] 油性ファンデーション

(1) スクワラン	25.8 (重量%)
(2) パルミチン酸イソプロピル	15.0
(3) ラノリンアルコール	2.0
(4) 酢酸ラノリン	3.0
(5) マイクロクリスタリンワックス	7.0
(6) オゾケライト	8.0
(7) キャンデリラワックス	0.5
(8) パラオキシ安息香酸プロピル	0.2
(9) 表面処理酸化チタン (実施例 5)	15.0
(10) 表面処理カオリン (実施例 3)	15.0
(11) 表面処理タルク (実施例 1)	6.0
(12) 表面処理ベンガラ (実施例 6)	1.0
(13) 表面処理黄酸化鉄 (実施例 7)	1.3
(14) 表面処理黒酸化鉄 (実施例 8)	0.2

製法：(1)～(8)を溶解均一化させ、あらかじめ混合、する。

溶解、均一とした(9)～(14)を加えてロールミルで混練 【0034】

する。再加熱して脱泡した後、容器に流し込み冷却固化

[実施例 16] W/O型乳化ファンデーション



13

14

(1) オクタメチルシクロテトラシロキサン	25.8 (重量%)
(2) ジメチルポリシロキサン (50 c s)	10.0
(3) ポリオキシエチレン変性メチルポリシロキサン	5.0
(4) パラオキシ安息香酸プロピル	0.2
(5) 表面処理微粒子酸化亜鉛 被覆タルク (実施例11)	15.0
(6) 表面処理酸化チタン (実施例5)	7.0
(7) 表面処理ベンガラ (実施例6)	0.3
(8) 表面処理黄酸化鉄 (実施例7)	1.1
(9) 表面処理黒酸化鉄 (実施例8)	0.1
(10) 精製水	30.0
(11) 1,3-ブチレングリコール	5.0
(12) 塩化ナトリウム	0.5

製法：(1)～(4)の油相を混合、均一化し、あらかじめ \*々に添加して乳化する。  
混合、均一とした(5)～(9)の粉体を添加し、均一に分 【0035】  
散させる。(10)～(12)の水相を混合均一化したものを徐\*

[実施例17] O/W型乳化ファンデーション

(1) 表面処理微粒子酸化チタン 被覆タルク (実施例10)	10.0 (重量%)
(2) ベンガラ	0.5
(3) 黄酸化鉄	1.4
(4) 黒酸化鉄	0.1
(5) モノステアリン酸 ポリオキシエチレンソルビタン	1.0
(6) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(7) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(8) 精製水	33.8
(9) キサンタンガム (2重量%水溶液)	30.0
(10) ジメチルポリシロキサン (50 c s)	10.0
(11) ポリオキシエチレン変性メチルポリシロキサン	3.0

製法：(5)～(9)の水相成分を溶解、均一化し、(1)～ ※ホモミキサーで乳化する。

(4)を加えてホモミキサーで均一に分散させる。これ 【0036】

に、(10)及び(11)の油相成分を溶解均一化して添加し、※

[実施例18] 日焼け止め用油性ローション

(1) デカメチルシクロペンタシロキサン	40.0 (重量%)
(2) ジメチルポリシロキサン (1.5 c s)	36.8
(3) パラオキシ安息香酸プロピル	0.2
(4) ポリオキシエチレン変性メチルポリシロキサン	3.0
(5) 表面処理微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛 被覆タルク (実施例12)	20.0

製法：(1)～(4)を溶解、均一させ、(5)を加えてホモ 【0037】  
ミキサーで均一に分散させる。

[実施例19] 日焼け止め用W/O乳化型ローション

(1) ミツロウ	2.5 (重量%)
(2) メチルフェニルポリシロキサン	5.0
(3) デカメチルシクロペンタシロキサン	31.3
(4) ポリオキシエチレン変性メチルポリシロキサン	5.0
(5) 表面処理微粒子酸化チタン 被覆タルク (実施例10)	15.0
(6) グリセリン	6.0

(7) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(8) 精製水	35.0

製法：(1)～(4)の油相成分を混合、加熱融解して75℃とし、(5)の粉体成分を添加してホモミキサーで予備分散させる。75℃に加熱した(6)～(8)の水相成分を\*

\*混合、均一化して添加し、ホモミキサーで乳化した後冷却する。

【0038】

【実施例20】 日焼け止め用O/W乳化型ローション

(1) セタノール	1.0 (重量%)
(2) ミツロウ	0.5
(3) スクワラン	6.0
(4) ジメチルポリシロキサン	2.0
(5) ポリオキシエチレン(10EO)	
モノオレイン酸エステル	1.0
(6) グリセロールモノステアリン酸エステル	1.0
(7) 精製水	40.3
(8) エタノール	5.0
(9) グリセリン	8.0
(10) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(11) キサンタンガム(5重量%水溶液)	20.0
(12) 表面処理微粒子酸化亜鉛	

被覆タルク(実施例11) 15.0

製法：(7)～(11)の水相成分を溶解、均一化したものに、(12)を加えてホモミキサーで均一に分散させる。

※ミキサーで乳化する。

【0039】

(1)～(6)の油相成分を溶解、均一化して添加し、ホモ※

【実施例20】 頬紅

(1) 表面処理タルク(実施例1)	60.0 (重量%)
(2) 表面処理マイカ(実施例2)	27.0
(3) 表面処理ベンガラ(実施例6)	0.3
(4) 赤色202号	0.5
(5) ジメチルポリシロキサン(100cs)	10.0
(6) ラノリンペースト	2.0
(7) パラオキシ安息香酸プロピル	0.2

製法：(1)～(4)をブレンダーで混合、均一化した後、あらかじめ溶解、均一化した(5)～(7)の成分を添加し更に混合する。アトマイザーにて粉碎処理した後、金皿★

★にプレス成型する。

【0040】

【実施例21】 アイカラー

(1) 表面処理タルク(実施例1)	40.0 (重量%)
(2) 表面処理マイカ(実施例2)	25.1
(3) 表面処理セリサイト(実施例4)	5.0
(4) 表面処理酸化チタン(実施例5)	2.0
(5) 表面処理ベンガラ(実施例6)	0.1
(6) 表面処理黒酸化鉄(実施例8)	0.1
(7) 群青	2.5
(8) 赤色226号	1.0
(9) 青色404号	1.0
(10) 雲母チタン	15.0
(11) ジメチルポリシロキサン(50cs)	8.0
(12) パラオキシ安息香酸プロピル	0.2

製法：(1)～(10)をブレンダーで混合、均一化した後、あらかじめ溶解、均一化した(11)、(12)の成分を添加し更に混合する。アトマイザーにて粉碎処理した後、金皿

にプレス成型する。

【0041】本発明の実施例の作用を示すために、紫外線防御効果、光沢の測定及び官能評価を行った。表面処

理方法の異なる粉体を用いた比較例を調製し、評価を行った。各実施例に対応する比較例及びその表面処理を表1に示した。

【0042】

【表1】

比較例	実施例	粉体の処理
1	13	表面処理なし
2	14	表面処理なし
3	14	トリメチルシロキシケイ酸処理なし
4	14	架橋型ジメチルポリシロキサン処理なし
5	14	メチルヒドロジェンポリシロキサン及びジメチルポリシロキサン処理なし
6	15	表面処理なし
7	16	表面処理なし
8	17	表面処理なし
9	18	表面処理なし
10	19	表面処理なし
11	20	表面処理なし
12	21	表面処理なし
13	22	表面処理なし

【0043】（紫外線防御効果の測定）紫外線防御効果をSPFアナライザー（SPF290ANALYZER:Optometrics USA, Inc社製）を用いて測定した。測定は薄いシリコン膜を形成させたトランスポアテープ（住友スリーエム社製）を石英板上に接着させ、これに試料0.5mg/cm<sup>2</sup>をブラシを用いて塗布したものをを用いて行った。

【0044】（光沢の測定）3Mブレンダーームテープ（住友スリーエム社製）の非接着面に実施例を指で塗布し、入射角45度、受光角45度の光沢を変角光沢計（日本電色社製）を用いて測定した。

【0045】（官能評価）実施例又は比較例のそれぞれを1群10名の女性パネルに使用させ、表2に示した評価基準に従い評価させ、その平均点を算出した。

【0046】

【表2】

項目	評価	点数	項目	評価	点数
塗布時の伸び	非常に良い	5	紫外線防御効果	非常に良い	5
	良い	4		良い	4
	普通	3		普通	3
	少し悪い	2		少し悪い	2
	悪い	1		悪い	1
塗布面の均一性	非常に良い	5	経時でのテカリ	ない	5
	良い	4		殆どない	4
	普通	3		僅かにある	3
	少し悪い	2		少しある	2
	悪い	1		ある	1
塗布時のツヤ	非常に自然	5	化粧効果の持続性	非常に良い	5
	自然	4		良い	4
	普通	3		普通	3
	少し不自然	2		少し悪い	2
	不自然	1		悪い	1

【0047】紫外線防御効果測定結果を表3に示した。

10  
20  
30  
40  
50  
60  
70  
80  
90  
100  
110  
120  
130  
140  
150  
160  
170  
180  
190  
200  
210  
220  
230  
240  
250  
260  
270  
280  
290  
300  
310  
320  
330  
340  
350  
360  
370  
380  
390  
400  
410  
420  
430  
440  
450  
460  
470  
480  
490  
500  
510  
520  
530  
540  
550  
560  
570  
580  
590  
600  
610  
620  
630  
640  
650  
660  
670  
680  
690  
700  
710  
720  
730  
740  
750  
760  
770  
780  
790  
800  
810  
820  
830  
840  
850  
860  
870  
880  
890  
900  
910  
920  
930  
940  
950  
960  
970  
980  
990  
1000

なお、紫外線防御効果は微粒子粉体を含有している実施例13、実施例14及び実施例16～実施例20及びそれに対応する比較例1～比較例5及び比較例7～比較例11のみで測定した。その結果、全ての実施例においてそれぞれ対応する比較例に比べ、有意なSPF値の上昇が認められた。特に実施例12の表面処理微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛被覆タルクを20.0重量%含有している実施例18においては、対応する比較例7の約2倍のSPF値が得られた。また、本発明において表面処理用組成物の必須成分であるトリメチルシロキシケイ酸を含まず、シリコン油及び高重合度シロキサンのみで表面処理した粉体を含有する比較例3においては、実施例14の約78%程度のSPF値しか得られなかった。同様に、高重合度シロキサンである架橋型ジメチルポリシロキサンを含まず、シリコン油及びトリメチルシロキシケイ酸のみで表面処理した粉体を含有する比較例4においても、実施例14の約75%程度のSPF値を示した。さらに、シリコン油であるメチルヒドロジェンポリシロキサン及びジメチルポリシロキサンを含まず、トリメチルシロキシケイ酸及び架橋型ジメチルポリシロキサンで表面処理した粉体を含有する比較例5においては、表面処理を全く行っていない粉体を含有する比較例2と近似したSPF値しか得られなかった。これらの結果より、本発明の表面処理粉体を使用することにより、SPF値が上昇することが示された。

【0048】

【表3】

19

実施例	SPF値	比較例	SPF値
13	10.5	1	6.8
14	17.3	2	10.7
		3	13.5
		4	13.0
		5	10.0
16	15.8	7	8.1
17	12.1	8	6.5
18	18.7	9	9.4
19	14.3	10	7.9
20	14.9	11	8.4

【0049】光沢測定結果を表4に示した。なお、光沢は実施例13及び実施例14、比較例1～比較例5を用いて測定した。その結果、本発明の表面処理粉体を用いた実施例13又は実施例14は、未処理粉体を配合した比較例1又は比較例2の光沢の約2分の1の光沢値を示し、自然な仕上がりが見られることが示された。さらに、トリメチルシロキシケイ酸又は高重合ポリシロキサンを含有させずに表面処理を行った粉体を含有する比較例3又は比較例4においては、未処理粉体を配合した比較例2と実施例14の中間の光沢値が得られており、シリコーン油を含有させずに表面処理を行った比較例5では、未処理粉体を配合した比較例2とほぼ同様の高い光沢値を示した。

【0050】

【表4】

\*

項目	実 施 例									
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
塗布時の伸び	4.3	4.8	4.3	4.6	4.5	4.5	4.6	4.4	4.5	4.6
塗布面の均一性	4.5	4.7	4.5	4.8	4.7	4.6	4.5	4.3	4.4	4.4
塗布時のツヤ	4.2	4.6	4.8	4.5	4.6	4.8	4.3	4.5	4.3	4.5
紫外線防御効果	3.5	4.6	3.4	4.6	4.2	4.9	4.5	4.6	3.3	3.2
経時でのテカリ	4.3	4.5	3.9	4.8	4.3	—	—	—	4.2	4.7
化粧効果の持続性	4.6	4.4	4.7	4.6	4.5	—	—	—	4.5	4.9

【0053】

【表6】

項目	比 較 例				
	1	2	3	4	5
塗布時の伸び	1.5	1.8	4.3	1.6	1.7
塗布面の均一性	2.1	2.6	1.9	2.1	2.0
塗布時のツヤ	2.2	1.7	4.5	2.0	1.5
紫外線防御効果	2.0	1.5	1.6	2.2	2.1
経時でのテカリ	2.1	2.2	2.0	2.1	1.8
化粧効果の持続性	1.6	1.7	1.5	3.5	1.9

20

\*

実施例	光沢値	比較例	光沢値
13	2.5	1	5.8
14	2.9	2	6.7
		3	4.6
		4	4.8
		5	5.9

【0051】官能評価結果を表5～表7に示した。なお、実施例18～実施例20及び比較例9～比較例11においては、着色しない日焼け止め化粧料であるため、経時でのテカリ及び化粧効果の持続性は評価しなかった。その結果、トリメチルシロキシケイ酸を含有させずに表面処理を行った粉体を含有する比較例3においては、伸び及びツヤに関しては本発明の実施例に匹敵する良好な結果が得られたが、塗布面の均一性、紫外線防御効果、化粧効果の持続性に関してはあまり良好な結果が得られなかった。また、架橋型ジメチルポリシロキサンを含有させずに処理を行った粉体を含有する比較例4においては、化粧効果の持続性は良好であったが、その他の項目では良好な結果は得られなかった。それに対して、本発明の実施例においては、全ての項目において良好な評価が得られ、本発明の表面処理粉体を含有する化粧料は、使用感、仕上がり、化粧持ち、及び紫外線防御効果が全て良好であることが示された。

【0052】

【表5】

【0054】

【表7】

項目	比 較 例							
	6	7	8	9	10	11	12	13
塗布時の伸び	2.1	1.6	1.9	2.2	1.7	2.0	1.5	1.8
塗布面の均一性	2.2	1.7	2.0	1.5	1.8	2.1	1.6	1.9
塗布時のツヤ	2.0	1.5	1.9	2.1	1.6	1.9	2.2	1.7
紫外線防御効果	2.1	1.6	1.9	2.2	1.7	2.0	1.5	1.8
経時でのテカリ	1.8	1.6	1.2	—	—	—	2.0	1.8
化粧効果の持続性	2.1	1.9	1.7	—	—	—	1.5	2.1

## 【0055】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明により、肌に塗布した際の伸びが良く、仕上がりが均一で、高い紫外線防御効果を発揮すると同時にその効果が持続し、か

つ肌に塗布した直後及び経時でのテカリが生じず、自然な艶のある仕上がりの得られる表面処理粉体、及びこの表面処理粉体を含有して成る化粧料を得ることができた。